

AUSLEGESCHRIFT 1234708

Int. Cl.:

C 07 c

C 08 g

Deutsche Kl.:

12 o - 23/01

Nummer:

1 234 708

Aktenzeichen:

G 33635 IV b/12 o

Anmeldetag:

November 1961

Auslegetag:

23. Februar 1967

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von β-Alkyl-β'-alkoxyisäthionaten, neuen Verbindungen, die als oberflächenaktive Mittel geeignet sind.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung 5 von β-Alkyl-β'-alkoxyisäthionaten der Formeln

$$R - \begin{pmatrix} R'' \\ | \\ OCHCH2 \end{pmatrix}_n - O - CH - CH2SO3X$$

und

in welchen R für eine Alkylgruppe mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, R' für eine Alkylgruppe mit 1 bis 20 4 Kohlenstoffatomen, R" für ein Wasserstoffatom oder eine Methyl- oder Athylgruppe, R", R"" und R"" jeweils für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, n für Null oder eine ganze Zahl von 1 bis 20, m für eine 25 ganze Zahl von 1 bis 20 und X für ein Alkalimetall (z. B. Na, K oder Li) stehen, ist nun dadurch gekennzeichnet, daß man ein β-Alkylvinylsulfonat der Formel

$$R'-CH=CHSO_3X$$

oder ein Oxyalkansulfonat der Formel HOCH(R')CH₂SO₃X

einer Monooxyverbindung der Formeln

$$R - \begin{pmatrix} R'' \\ 0 \\ OCHCH_2 \end{pmatrix}_n - OH$$

oder

$$\begin{array}{cccc}
R''' & \begin{pmatrix} R'' \\ | \\ OCHCH_2 \end{pmatrix}_m - OH
\end{array}$$

in welchen R, R", R", R", R", n und m die obige Bedeutung besitzen, in Gegenwart von Natrium- 50 oder Kaliumhydroxyd bei pH 9,7 bis 11,7 und einer Temperatur von 100 bis 240°C umsetzt.

Verfahren zur Herstellung von B-Alkylβ'-alkoxyisäthionaten

Anmelder:

General Aniline & Film Corporation, New York, N. Y. (V. St. A.)

Vertreter:

Dr. W. Schalk, Dipl.-Ing. P. Wirth, Dipl.-Ing. G. E. M. Dannenberg und Dr. V. Schmied-Kowarzik, Patentanwälte, Frankfurt/M., Große Eschenheimer Str. 39

Als Erfinder benannt:

Leslie Millard Schenck, Mountainside, N. J.; Leslie Grey Nunn jun., Metuchen, N. J. (V. St. A.)

Beanspruchte Priorität:

V. St. v. Amerika vom 22. November 1960 (70940)

Diese Reaktion ist völlig unerwartet, da die Vorläufer der β-Alkylvinylsulfonate, d. h. die Oxyalkansulfonate, unter praktisch denselben Bedingungen 30 unter Bildung von β-Alkylvinylsulfonaten Wasser abspalten. Man konnte also nicht vorhersehen, daß unter diesen Bedingungen die Addition der genannten Oxyverbindungen an den genannten \(\beta'-\text{Alkylvinyl-} \) sulfonaten erfolgen würde. Bei Verwendung eines wobei R' und X die obige Bedeutung besitzen, mit 35 aliphatischen Alkohols und eines β -Alkylvinylsulfonates in Form seines Salzes erfolgt z. B. die folgende Reaktion:

wobei R, R' und X die oben angegebenen Bedeutungen besitzen.

Die Zugabe des Alkalis erfolgt zur Erhöhung des 45 pH-Wertes einer 10% igen Lösung der Mischung auf 9,7 bis 11,7; dann wird die erhaltene Mischung auf eine Temperatur über 100°C erhitzt. Diese Verfahrensweise ist sehr günstig, da man dadurch den ungesättigten Reaktionsteilnehmer, nämlich das Natrium- oder Kaliumsalz des \(\beta\)-Alkylvinylsulfonates, nicht längere Zeit erhöhten Temperaturen aussetzen muß und dadurch kein Verlust der Ausbeute

3

auf Grund einer Polymerisation erfolgt. Weiterhin werden die Gefahren bei der Zugabe organischer Verbindungen zu einer Reaktionsmischung bei erhöhten Temperaturen umgangen.

Verwendbare β -Alkylvinylsulfonate sind z. B.

 β -Methylnatrium- oder -kaliumisäthionat, β -Athylnatrium- oder -kaliumisäthionat, β -Propylnatrium- oder -kaliumisäthionat, β -Butylnatrium- oder -kaliumisäthionat.

Aliphatische Alkohole mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, die mit den obigen β-Alkylvinylsulfonaten in Form ihrer Natrium- oder Kaliumsalze umgesetzt werden, sind z. B. Äthylalkohol, Propylalkohol, Isopropylalkohol, n-Butylalkohol, sek.-Butylalkohol, Isopropylalkohol, Isobutylalkohol, n-Amylalkohol, Isobutylalkohol, n-Amylalkohol, Isobutylalkohol, 3-Pentanol, tert.-Amylalkohol, 2-Methyl - 2 - butanol (Amylenhydrat), 1-Hexanol, 2-Hexanol, 2-Methyl-1-pentanol, 3,3-Dimethyl - 2 - butanol, 2,3 - Dimethyl - 2 - butanol, 20 1-Heptanol, 1-Octanol, 1-Nonanol, 1-Decanol, 2-Dodecanol (Laurylalkohol), Cetylalkohol, Octadecylalkohol (Stearylalkohol), 1-Docosanol.

Zu den aromatischen Oxyverbindungen der Benzolreihe, die mit 1 bis 20 Mol eines Alkylenoxydes, 25 wie z. B. Athylenoxyd, Propylenoxyd, Butylenoxyd oder Mischungen derselben, in üblicher Weise umgesetzt und als Reaktionsteilnehmer mit dem Alkalimetallsalz des β-Alkylvinylsulfonates verwendet werden, gehören z. B. Phenol, o-, m- und p-Kresol, 30 Tributylphenol, Benzylalkohol, 2,4-Xylenol, 2,4,6-Triisopropylphenol, Cardanol, Amylphenol, Triamylphenol, Hexylphenol, Octylphenol, Octadecylphenol, Nonylphenol, Decylphenol, Tridecylphenol, Tridodecylphenol, Dinonylphenol, Dodecylphenol, Di- 35

dodecylphenol.

An Stelle der obigen aliphatischen Alkohole können auch die mono- und polyalkoxylierten Derivate dieser Alkohole und Phenole verwendet werden. Mit anderen Worten, erfindungsgemäß kann jeder einwertige aliphatische Alkohol, einwertiges Phenol einschließlich monoalkylierte und polyalkylierte Phenole verwendet werden, die mit 1 bis 20 Mol Athylenoxyd, 1,2-Propylenoxyd oder 1,2-Butylenoxyd oder mit Athylencarbonat, 1,2-Propylencarbonat oder 45 1.2-Butylencarbonat oder Mischungen derselben in der in den USA.-Patentschriften 1 970 578, 2 213 477, 2 575 832, 2 593 112 und 2 676 975 beschriebenen Weise kondensiert worden sind.

Beispiele solcher mono- und polyalkoxylierter 50 phenolischer Verbindungen sind z. B.

Nonylphenol, mit 1 Mol Athylenoxyd kondensiert.

Nonylphenol, mit 4 Mol Athylenoxyd kondensiert,

Dinonylphenol, mit 1 Mol 1,2-Propylenoxyd kondensiert,

Dodecylphenol, mit 1 Mol 1,2-Butylenoxyd kondensiert.

Diamylphenol, mit 20 Mol Athylenoxyd kondensiert.

Octadecylphenol, mit 20 Mol Athylenoxyd kondensiert.

Dioctadecylphenol, mit 20 Mol Athylenoxyd kondensiert.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird eine Mischung aus 1 Mol eines aliphatischen Alkohols,

polyalkoxylierten Alkohols oder polyalkoxylierten Phenois der oben beschrieben Art und 1 Mol des Natrium- oder Kaliumsalzes von β-Alkylvinylsulfonat mit Natrium- oder Kaliumhydroxyd in fester oder 5 Flockenform oder als wäßrige Lösung auf einen pH-Wert zwischen 9,7 und 11,7 eingestellt. Die wäßrige Lösung kann 40 bis 60% des Hydroxyds enthalten. Dann wird die erhaltene Mischung auf eine Temperatur zwischen 140 und 220°C für die Dauer von 1/2 bis 8 Stunden erhitzt. Bei Anwendung von Temperaturen oberhalb 180°C, d. h. zwischen 180 und 220°C, wird es bevorzugt, die Reaktion in einer inerten Atmosphäre, wie z. B. Stickstoff oder Kohlendioxyd, oder unter Druck, wie z. B. in einem üblichen Autoklav aus rostfreiem Stahl, durchzuführen. Nach beendeter Reaktion wird die Reaktionsmischung auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Mittel, wird nach den folgenden Verfahren isoliert:
Wurde als einer der Reaktionsteilnehmer ein
niedrigsiedender aliphatischer Alkohol mit 2 bis
6 Kohlenstoffatomen verwendet, so wird das Endprodukt durch Abdestillieren des nicht umgesetzten
Alkohols isoliert. Das Produkt wird durch Umkristallisieren aus Eisessig gereinigt.

Das endgültige Produkt, d. h. das oberflächenaktive

Wurde als einer der Reaktionsteilnehmer ein hochsiedender Alkohol oder eine mono- oder polyalkoxylierte phenolische Verbindung verwendet, so erfolgt die Isolierung des oberflächenaktiven Mittels, indem die Reaktionsmischung in einem aromatischen Lösungsmittel suspendiert, das Wasser durch azeotrope Destillation entfernt und die anorganischen Nebenprodukte abfiltriert werden. Das Lösungsmittel wird abdestilliert. Ist das gewünschte Produkt ein Feststoff, so wird die erhaltene Mischung durch Umkristallisation aus Methanol oder Athanol gereinigt. Ist das gewünschte Produkt eine Flüssigkeit. so wird es von nicht umgesetzten Alkanolen durch Verwendung eines stark basischen Anionenharzes abgetrennt. Das anionische Konzentrat wird dann in einem entsprechenden Lösungsmittel gelöst, die erhaltene Lösung getrocknet und zur Entfernung der unerwünschten anionischen Verunreinigungen filtriert.

Die folgenden Beispiele veranschaulichen das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung der neuen oberflächenaktiven Mittel. Alle Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1

Eine Mischung aus 200 Teilen Tridecylalkohol, 162 Teilen Natrium-β-methylisäthiorat und 6 Teilen 50% igem wäßrigem Natriumhydroxyd wurde 1 Stunde auf 170°C erhitzt und dann die Temperatur 40 Minuten auf 200°C erhöht. Dann wurde die Reaktionsmischung entfernt, auf Zimmertemperatur abgekühlt und das Natrium-β-tridecyloxypropansulfonat durch Umkristallisation aus Methanol isoliert. Die Ausbeute betrug 90 Teile oder 20%.

Beispiel 2

Eine Mischung aus 204 Teilen des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Nonylphenol mit 4 Mol Athylenoxyd, 81 Teilen Natrium-β-methylisäthionat und 6 Teilen einer 50% gigen wäßrigen Natriumhydroxydlösung wurde 40 Minuten auf 180°C erhitzt, dann 2 Stunden auf dieser Temperatur gehalten und schließlich entfernt. Die Analyse der Reaktions-

mischung zeigte, daß sie 9% des oberflächenaktiven Mittels mit der folgenden Formel enthielt:

$$CH_3$$

$$(OCH_2CH_2)_4 - O - CH - CH_2SO_3Na$$

$$C_9H_{19}$$

gesetzten Alkanol durch Verwendung eines stark basischen anionischen Harzes isoliert. Die anionischen Verunreinigungen wurden abgetrennt, indem das anionische Konzentrat aus der Behandlung mit dem Ionenaustauscherharz in trockenem Benzol 15 gelöst und die Lösung zur Entfernung unerwünschter Verunreinigungen filtriert wurde.

Beispiel 3

Eine Mischung aus 510 Teilen Athylbutylalkohol, 20 6 Teilen 50% igem wäßrigem Natriumhydroxyd und 162 Teilen Natrium-β-methylisäthionat wurde in einen Autoklav aus rostfreiem Stahl gegeben, unter Druck auf 220°C erhitzt und 61/2 Stunden auf dieser schüssigem Alkohol befreit und auf Zimmertemperatur abgekühlt. Die Analyse des erhaltenen Produktes zeigte, daß es 39% Natrium-β'-äthylhexyloxypropansulfonat enthielt. Durch Umkristallisation aus Eisessig wurde das gewünschte oberflächenaktive Mittel 30 in praktisch reiner Form erhalten.

Beispiel 4

Eine Mischung aus 230 Teilen Athanol, 6 Teilen 35 50% igem wäßrigem Kaliumhydroxyd und 178 Teilen Kalium-\(\beta\)-methylis\(\text{athionat}\) wurde in einen Autoklav aus rostfreiem Stahl gegeben, unter Druck auf 200°C erhitzt und 6 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Reaktionsmischung wurde dann von überschüssi- 40 gem Alkohol befreit und auf Zimmertemperatur abgekühlt. Die Analyse des erhaltenen Produktes zeigte, daß es 32% Kalium-β'-äthyloxypropansulfonat enthielt. Durch Umkristallisation aus Eisessig wurde das gewünschte Produkt in praktisch reiner Form er- 45 halten.

Beispiel 5

Eine Mischung aus 327 Teilen 1-Docosanol, 6 Teilen 50% igem wäßrigem Natriumhydroxyd und 176 Tei- 50 len Natrium-\(\beta\)-\(\alpha\)-\(\alpha\)thylis\(\alpha\)thionat wurde 40 Minuten auf 180°C und dann 5 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Analyse des erhaltenen Produktes zeigte, daß es 14% Natrium-β-docosanyloxybutannol wurde das gewünschte oberflächenaktive Mittel in praktisch reiner Form erhalten.

Beispiel 6

Eine Mischung aus 264 Teilen des Kondensations- 60 produktes aus 1 Mol Nonylphenol und 1 Mol Athylenoxyd, 3 Teilen flockigem Natriumhydroxyd und ·190 Teilen Natrium-β-propylisäthionat wurde innerhalb von 40 Minuten auf 180°C erhitzt und 6 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die 65 Reaktionsmischung wurde auf Zimmertemperatur abgekühlt, analysiert und enthielt 7% Natrium- β' -nonylphenoxyäthoxypentansulfonat. Das Produkt

wurde durch das im Beispiel 2 beschriebene Verfahren in praktisch reiner Form isoliert.

Beispiel 7

Eine Mischung, die 710 Teile nichtionisches oberflächenaktives Mittel, das durch Umsetzung von 1 Mol 1-Octadecanol mit 10 Mol Athylenoxyd hergestellt worden war, 6 Teile 50% iges wäßriges Natriumhydroxyd und 214 Teile Natrium-β-butylisāthionat Das oberflächenaktive Mittel wurde vom nicht um- 10 enthielt, wurde innerhalb von 40 Minuten auf 180°C erhitzt und 6 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Reaktionsmischung wurde auf Zimmertemperatur abgekühlt, analysiert und enthielt 11% eines oberflächenaktiven Mittels der folgenden Formel:

Beispiel 8

Eine Mischung aus 153 Teilen des Reaktions-produktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd, 81 Teilen Natrium-β-methylisäthionat und 6 Teilen einer 50% igen Natriumhydroxydlösung Temperatur gehalten. Die Mischung wurde von über- 25 wurde 40 Minuten auf 180°C erhitzt und 2 Stunden auf dieser Temperatur gehalten und dann entfernt. Die Analyse der Mischung zeigte, daß sie 12% eines oberflächenaktiven Mittels der Formel

enthielt. Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 9

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei an Stelle der 153 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd 180 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol o-Kresol mit 1 Mol Butylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse des Reaktionsproduktes zeigte einen Gehalt von 10% der Verbindung der Formel

Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 10

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 1226 Teile des Reaktionsproduktes aus Dinonylphenol mit 20 Mol Athylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus sulfonat enthielt. Durch Umkristallisation aus Atha- 55 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse des Reaktionsproduktes zeigte einen Gehalt von 70/0 einer Verbindung der Formel

$$C_{9}H_{19} \\ C_{9}H_{19} \\ -(OCH_{2}CH_{2})_{20} - O-CH-CH_{2}SO_{3}Na$$

Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 11

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 702 Teile des Reaktionsproduktes aus Tributylphenol mit 10 Mol 7

Athylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse der Reaktionsmischung zeigte einen Gehalt von 90/0 einer Verbindung der folgenden Formel:

$$C_{1}H_{9}$$
 CH_{3} CH_{3} $CH_{2}CH_{2})_{10} - OCH - CH_{2}SO_{3}Na$ $C_{1}H_{9}$

Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 12

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 646 Teile des Reaktionsproduktes aus Octylphenol plus 10 Mol Athylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse zeigte einen Gehalt von 90/0 der 20 folgenden Verbindung:

$$C_8H_{17}$$
 - (OCH₂CH₂)₁₀ - OCH - CH₂SO₃Na ₂₅

Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 13

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 1038 Teile des Reaktionsproduktes aus Tridodecylphenol plus 10 Mol Athylenoxyd an Stelle von 1 Mol Phenol plus 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse zeigte einen Gehalt von 6% der folgenden Verbindung:

$$C_{12}H_{25}$$
 $C_{12}H_{25}$
 $C_{12}H_{25}$
 $C_{12}H_{25}$
 $C_{12}H_{25}$
 $C_{12}H_{25}$
 $C_{12}H_{25}$

Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 14

Das Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 786 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Octadecylphenol mit 10 Mol Athylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse zeigte einen Gehalt von 70/0 der folgenden Verbindung:

Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 450 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Athanol mit 1 Mol Athylenoxyd an Stelle des Athanols verwendet wurden. Das überschüssige Alkanol wurde durch Vakuumdestillation entfernt. Die Analyse des Rückstandes

zeigte einen Gehalt von 25% der folgenden Ver-

bindung: CH₃

$$C_2H_5 - O - CH_2CH_2 - O - CH - CH_2SO_3Na$$

Das Produkt wurde gemäß Beispiel 2 gereinigt.

Beispiel 16

Eine Mischung aus 100 Teilen Tridecylalkohol, 80 Teilen Natrium-β-methylvinylsulfonat und 1,5 Teilen flockigem Natriumhydroxyd wurde 1 Stunde auf 170°C erhitzt. Die Reaktionsmischung wurde danach dem Reaktionsgefäß entnommen und auf Zimmertemperatur abgekühlt. Man erhielt durch Umkristallisation aus Methanol 45 Teile Natrium-β-tridecyloxypropansulfonat (Ausbeute = 20%).

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von β -Alkyl- β' -alkoxyisäthionaten der Formeln

$$R - \begin{pmatrix} R'' \\ | \\ OCHCH_2 \end{pmatrix}_{ii} - O - CH - CH_2SO_3X$$

und

in welchen R für eine Alkylgruppe mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, R' für eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R" für ein Wasserstoffatom oder eine Methyl- oder Äthylgruppe, R''', R'''' und R''''' jeweils für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, n für Null oder eine ganze Zahl von 1 bis 20, m für eine ganze Zahl von 1 bis 20 und X für ein Alkalimetall stehen, dadurch gekennzeichnet, daß man ein β -Alkylvinylsulfonat der Formel

$$R' - CH = CHSO_3X$$

oder ein Oxvalkansulfonat der Formel

HOCH(R')CH2SO3X

wobei R' und X die obige Bedeutung besitzen, mit einer Monooxyverbindung der Formeln

$$R = \begin{pmatrix} R'' \\ | \\ OCHCH_2 \end{pmatrix}_n - OH$$

oder

$$\begin{array}{ccc}
R''' & \begin{pmatrix} R'' \\ | \\ OCHCH_2 \end{pmatrix}_m - OH \\
R''''' & R''''
\end{array}$$

in welchen R, R", R", R"", R"", n und m die obige Bedeutung besitzen, in Gegenwart von Natrium- oder Kaliumhydroxyd bei pH 9,7 bis 11,7 und einer Temperatur von 100 bis 240°C umsetzt.

45

ACCESSION NUMBER:

1967:432482 CAPLUS

DOCUMENT NUMBER:

67:32482

TITLE:

آ زايت

 β -Alkyl- β '-alkoxyisethionates

INVENTOR(S):

Schenck, Leslie M.; Nunn, Leslie G., Jr.

PATENT ASSIGNEE(S):

General Aniline and Film Corp.

SOURCE:

Ger., 4 pp. CODEN: GWXXAW

DOCUMENT TYPE:

Patent

LANGUAGE:

German

FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1

PATENT INFORMATION:

DE 1234708

DE 1234708

US

PRIORITY APPLN. INFO.:

19670223

19601122

For diagram(s), see printed CA Issue.

Title compds. R(OCHR2CH2)nOCHR1CH2SO3X (I) and II, are surface active AB agents and are prepared from R1CH:CHSO3X or HOCHR1CH2SO3X, and R(OCHR2CH2)nOH or III in NaOH or KOH at pH 9.7-11.7 and 140-220° for 2-6.5 hrs. At >180° the reaction is carried out in a stainless steel autoclave. Thus, C13H27OH 200, HOCHMeCH2SO3Na (IV) 162, and 50% aqueous NaOH 6 parts was heated 1 hr. at 170°, then 40 min. at 200°. The mixture was separated and cooled to give 20% Na β -(tridecyloxy) propanesul fonate (recrystd. from MeOH). Similarly, the following were prepared: Na β-(ethylhexyloxy)propanesulfonate, K β -ethoxypropanesulfonate, Na β -(docosyloxy)butanesulfonate, C18H37(OCH2CH2)10OCHBuCH2SO3Na, and Na $\beta\text{-}$ (tridecyloxy)propanesulfonate. A mixture of 204 parts reaction mixture of 1 mole nonylphenol with 4 moles ethylene oxide, 81 parts IV, and 6 parts aqueous 50% NaOH was heated to 180° in 40 min. and maintained 2 hrs. at 180° to give 9% II (R1 = Me, R2, R3 and R4 = H, R5 = C9H19, X = Na, m = 4) which was isolated from unreacted alc. with a strong basic anionic ion exchange resin. Similarly, the following were prepared: EtOCH2CH2OCHMeCH2SO3Na, Na β -(nonylphenoxy)ethoxypentanesulfonate. Also prepared were the following II (R1, R2, R3, R4, R5, X, and m given): Me, Me, H, H, H, Na, 1; Me, Et, 2-Me, H, H, Na, 1; Me, H, 2-C9H19, 4-C9H19, H, Na, 20; Me, H, 2-Bu, 4-Bu, 6-Bu, Na, 10; Me, H, H, 4-C8H17, H, Na, 10; Me, H, 2-C12H25, 4-C12H25, 6-C12H25, Na, 10; Me, H, H, 4-C18H37, H, Na, 10.

IT14817-49-3P 14897-86-0P

RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation)

(preparation of)

RN 14817-49-3 CAPLUS

1-Propanesulfonic acid, 2-(tridecyloxy)-, sodium salt (8CI) (CA INDEX NAME)

O- (CH₂)₁₂- Ме Me-CH-CH2-SO3H

Na

14897-86-0 CAPLUS

1-Butanesulfonic acid, 2-(docosyloxy)-, sodium salt (8CI) (CA INDEX NAME)

$$_{
m CH_2)_{21}-Me}^{
m O-~(CH_2)_{21}-Me}_{
m Ho_3S-CH_2-CH-Et}$$

● Na